

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

PAT-NO: JP02000258573A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2000258573 A
TITLE: MATERIAL FOR IN-SOLID NUCLEAR REACTION AND ITS
PRODUCTION METHOD
PUBN-DATE: September 22, 2000

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
IWAMURA, YASUHIRO	N/A
ITO, TAKEHIKO	N/A
SAKANO, MITSURU	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
MITSUBISHI HEAVY IND LTD	N/A

APPL-NO: JP11058790

APPL-DATE: March 5, 1999

INT-CL (IPC): G21B001/00

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a material capable of stably inducing in-solid nuclear reaction utilizing electrolysis of heavy water and the like.

SOLUTION: This material for in-solid nuclear reaction is constituted by forming a mixture thin film 5 of material with small work function such as yttrium oxide and calcium oxide and a substrate constituting material on a slab shape substrate 1 consisting of hydrogen occlusion alloy and by forming an outer film 8 of the substrate constituting material on the outer surface. A material with small work function such as calcium oxide and yttrium oxide is contained in the vicinity of the surface of the hydrogen occlusion alloy substrate such as palladium and titanium, and so in-solid nuclear reaction can be stably generate.

COPYRIGHT: (C) 2000, JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-258573

(P2000-258573A)

(43) 公開日 平成12年9月22日 (2000.9.22)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

データベース (参考)

G 2 1 B 1/00

G 2 1 B 1/00

Y

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平11-58790

(22) 出願日 平成11年3月5日 (1999.3.5)

(71) 出願人 000006208

三菱重工業株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番1号

(72) 発明者 岩村 康弘

神奈川県横浜市金沢区幸浦一丁目8番地1

三菱重工業株式会社基盤技術研究所内

(72) 発明者 伊藤 岳彦

神奈川県横浜市金沢区幸浦一丁目8番地1

三菱重工業株式会社基盤技術研究所内

(72) 発明者 坂野 充

神奈川県横浜市金沢区幸浦一丁目8番地1

三菱重工業株式会社基盤技術研究所内

(74) 代理人 100057874

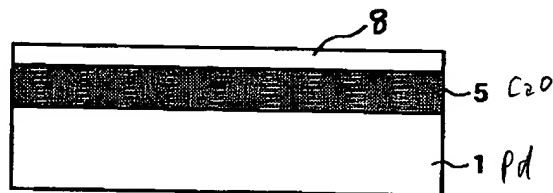
弁理士 曾我 道照 (外5名)

(54) 【発明の名称】 固体内核反応用材料及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 重水の電解などを利用した固体内核反応を安定的に誘発できる材料を提供する。

【解決手段】 本発明の固体内核反応用材料は、水素吸蔵合金からなる平板状の基板1に、酸化イットリウムや酸化カルシウムなどの小仕事関数の物質と基板構成材料との混合薄膜5を形成し、その外面に基板構成材料の外膜8を形成して構成される。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 仕事関数が低い物質を水素吸蔵合金基材の表面近傍に含有させた固体内核反応用材料。

【請求項2】 前記物質は、仕事関数が3eV以下であることを特徴とする請求項1に記載の固体内核反応用材料。

【請求項3】 前記物質がCaO、Y₂O₃、TiC、SrO、BaO、ThO₂、LaB₆、CaB₆、SrB₆、YB₆、BaS、HfC、MoC、NbC、TiN、UC、W₂C、ZrC、Ba、Ca、Ce、Cs、Sr、Rb、K、Li、Na、Er、Eu、Sm、Ybのいずれかであることを特徴とする請求項1に記載の固体内核反応用材料。

【請求項4】 前記水素吸蔵合金基材が、パラジウム又はチタンの合金から形成されていることを特徴とする請求項1乃至3に記載の固体内核反応用材料。

【請求項5】 水素吸蔵合金基材をアセトン中で超音波洗浄した後に高温真空加熱処理を施し、次いで同基材を重王水でエッチングして表面不純物を除去し、更にアルゴンイオンビームスパッター法により基材表面部に添加物質と基材物質との混合層を1000Å乃至3000Åの厚さで成膜し、更に該混合層の外面上にアルゴンイオンビームスパッター法により400Åの厚さの基材物質層を形成する固体内核反応用材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、核反応技術に関し、特に固体内核反応装置等に用いられる電極材料又は構造材料に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、陰極にパラジウムを用いて重水の電気分解を行うと、パラジウム電極において核反応が発生するという説があり、その発生熱の有効利用に着目されたが、その反応の再現性に難があるので実際の利用にはこれからの研究が待たれている。本出願人も、先に核反応の発生の検出に便な装置を提案（特開平8-166477号）し、その核反応の試験を進めたが、反応の再現性については前述の事実を確認している。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本出願人は、前述の実態に鑑み、核反応の再現性の向上に寄与しうる電極材料等について先に提案を行った（特願平9-190268号）。この提案により、その反応の再現性は大幅に向上してきたのであるが、本願発明者は更に研究検討を進め、更に広範な材料構成で固体内核反応の再現性を向上しうる本発明をなすに至ったものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明の材料は、重水の電気分解を利用する固体内核反応装置の電極用として利用しても、重水素ガスを利用した装置の構造用材料としても利用可能であるが、その基本的構成は、パラジウム

合金やチタン合金などの水素吸蔵合金からなる基材の表面近傍に、例えば3eV以下である仕事関数が低い物質を含有させて構成される。前述のような仕事関数が小さい物質としては、これに限定されるものではないが、CaO、Y₂O₃、TiC、SrO、BaO、ThO₂、LaB₆、CaB₆、SrB₆、YB₆、BaS、HfC、MoC、NbC、TiN、UC、W₂C、ZrC、Ba、Ca、Ce、Cs、Sr、Rb、K、Li、Na、Er、Eu、Sm、Ybが好適である。本発明の材料の基本的構造を説明すると、基材の形状としては、図1に示すような平板状の基板1としても、図2に示すような棒体3としても良く、基板1の一面又は棒体3の外面に基材構成材料と前述の物質との混合薄膜5、7を数100〜数1000Åの厚さで成膜し、更にその混合薄膜5、7の外側に基材構成材料、例えばパラジウム、の外膜8、9を1μm以下の厚さで形成されて構成される。

【0005】本発明は、異なる観点から見れば、次のような核反応用材料の製造方法としても認識される。即ち、水素吸蔵合金基材をアセトン中で超音波洗浄した後に高温真空加熱処理を施し、次いで同基材を重王水でエッチングして表面不純物を除去し、更にアルゴンイオンビームスパッター法により基材表面部に添加物質と基材物質との混合層を1000Å乃至3000Åの厚さで成膜し、更に該混合層の外面上にアルゴンイオンビームスパッター法により400Åの厚さの基材物質層を形成する。

【0006】

【発明の実施の形態】次に本発明の実施形態を説明する。この実施形態の材料は、重水の電気分解を利用する核反応装置用電極材料として形成しているので、先ずその核反応装置の構造について、簡単に説明する。図3を参照するに、固体内核反応装置10において、その本体部が電解セル11と真空容器13とから構成され、その内部を分ける隔壁15に本発明の材料からなる陰極電極17が水密に取り付けられるようになっている。真空容器13には、その内部の真空度を達成、維持するために真空排気用ポンプ19が連通すると共に内部下方には鉛遮蔽材21が設けられている。そして、陰極電極17に向かってX線検出器(X1)23が配置されている。一方、電解セル11はテフロン製で、中には重水のLiOD電解溶液(1N)などの電解溶液25が入れられるが、電解溶液25に接する部分は白金で造られる。その電解溶液25は電極17の上面を被っており、更に白金が主体の陽極電極27がその中に垂下支持されている。一方、陽極電極27及び陰極電極17は本体外の電源29に電氣的に連絡している。電解セル11内の空間には、再結合用触媒31が設けられ、圧力計33も設けられ、更には電解液25を冷却すると共に発生熱量を検出するための冷却管35が設けられている。冷却管35はステンレス鋼で製作され、外面が金でコーティングされ

ている。発生熱量は冷却管35の出入り口に設けられた熱電対37を使用して計測される。本体の外側に配設されたX線検出器(X2)39a及びX線検出器(X3)39bは、鉛遮蔽材38によって支持されている。X線検出器23, 39a, 39bは、いずれもNaIシンチレーションカウンターを利用するものである。

【0007】次に本発明の実施例となる試料の作成手順について説明する。

(1) バラジウム板(Pd: 99.9%, 25×25×1mm)をアセトン中で超音波洗浄し、しかる後に温度900℃で10時間真空(真空度 1×10^{-7} Torr以下)加熱処理する。

(2) 前述の処理をしたバラジウム板を重水でエッチングして、表面不純物を除去する。

(3) バラジウムと酸化カルシウムとをアルゴンイオンビームで同時スパッターして、前記バラジウム板上にCaO-Pd混合層を成膜する。CaO-Pd混合層の厚さは1000Å或いは3000Åとした。

(4) しかる後、前記CaO-Pd混合層の外面上にバラジウムをアルゴンイオンビームでスパッターし、400Åの厚さのバラジウム層を形成する。

以上の4手順を経て形成した試料を実施例1乃至6とする。

【0008】次に、実施例7乃至10を次の要領で作成した。即ち、前述の手順(1)(2)による処理を施したバラジウム板に手順(3)と同様な操作で、酸化イットリウム Y_2O_3 とバラジウムPdの混合層を1000Åの厚さで成膜した。更にその Y_2O_3 -Pd混合層の外面に、前記手順(4)と同じ要領でバラジウム層を形成した。更に又、酸化イットリウム Y_2O_3 の代わりに炭化チタンTiCを用いて、実施例7乃至10と同様な要領で

実施例11, 12を作成した。

【0009】前述のように作成した実施例1乃至12を前述の固体内核反応装置10の陰極電極として用いて反応実験を行い、発生過剰熱とX線とを測定した。なお、固体内核反応装置10はクリーンルーム内に設置され、温度 $23 \pm 1^\circ\text{C}$ 、湿度 $40 \pm 5\%$ の恒温状態に保持され、冷却水の温度は 23°C に設定された。なお、固体内核反応装置10の電解セル11の回りは、アクリルの壁で覆われ、外気の直接接触が回避されていて、外気温度が常に計測データとして取り込まれた。又、電源29によって与えられる電流は図4に示すように制御された。

【0010】以上の実験における固体内核反応装置10内の挙動を概説すると、重水の電気分解により、陰極電極17のバラジウム板基板中に重水素(D)が充填される。陰極電極17の電解溶液側では、電流に応じた重水素濃度に保たれ、反対側の真空容器側では表面で重水素濃度がほぼゼロであるため、バラジウム板内部に重水素濃度の勾配が生ずる。従って、充填された重水素はバラジウム板中を拡散・移動して真空容器13側で再結合し、重水素ガスとなりポンプ19により排気される。過剰熱は、冷却管35内を流れる冷却水の温度変化を熱電対37により検出して測定されるが、冷却水のガス成分はデガッサーと呼ばれる装置により真空脱気されているので、電解溶液で加熱されることによって生ずる冷却管35内のガス発生がほぼ完全に抑えられ、冷却水出口温度の変動が小さくなり、熱計測精度が良好である。陰極電極17で発生した重水素と酸素の一部は、電解溶液25の上方にたまるが、白金黒の触媒31により再結合して重水に戻される。

【0011】前述の実験の結果を表1に示す。

【表1】

表1

試料名	混合層	過剰熱	X線	電極上で 検出され た物質	電極上 Fe の同位体比 $^{57}\text{Fe}/^{66}\text{Fe}$
実施例 1	Pd/CaO 1000Å	発生(最大 3.2W)	発生 X2(6.6σ _x) X3(6.2σ _x)	Si, Fe, Cu	0.036, 0.038 0.065
実施例 2	Pd/CaO 3000Å	発生(最大 1.5W)	発生 X2(6.4σ _x) X3(7.8σ _x)	Fe, Cu	0.24
実施例 3	Pd/CaO 1000Å	発生(最大 1.9W)	発生 X2(7.6σ _x) X3(8.8σ _x)	Fe, Cu	0.66, 0.26 0.22, 0.29
実施例 4	Pd/CaO 3000Å	発生(最大 1.8W)	発生 X2(14.4σ _x) X3(16.6σ _x)	Fe, Cu	0.45, 0.37, 0.66
実施例 5	Pd/CaO 1000Å	発生(最大 2.3W)	発生 X2(6.4σ _x) X3(6.7σ _x)	Fe, Au, Cu	0.097
実施例 6	Pd/CaO 1000Å	発生(最大 3.5W)	発生 X2(4.3σ _x) X3(3.4σ _x)	Pt, Cu, Fe	0.20
実施例 7	Pd/Y ₂ O ₃ 1000Å	発生(最大 2.5W)	発生 X2(5.8σ _x) X3(6.5σ _x)	Cu, Pt	計測せず
実施例 8	Pd/Y ₂ O ₃ 1000Å	発生(最大 2.0W)	発生 X2(4.4σ _x) X3(4.5σ _x)	Cu, Ti	計測せず
実施例 9	Pd/Y ₂ O ₃ 1000Å	発生(最大 1.1W)	発生 X2(5.5σ _x) X3(5.2σ _x)	Cu	計測せず
実施例 10	Pd/Y ₂ O ₃ 1000Å	発生(最大 1.0W)	発生 X2(4.1σ _x) X3(4.2σ _x)	Cu, Fe	計測せず
実施例 11	Pd/TiC 1000Å	発生(最大 1.0W)	発生 X2(4.9σ _x) X3(4.5σ _x)	Fe, Cu	0.039
実施例 12	Pd/TiC 1000Å	発生(最大 4.2W)	発生 X2(4.6σ _x) X3(4.6σ _x)	Au, Cu, Fe	計測せず
比較例	通常の Pd (電解液軽水)	なし 3σ _H 以下	なし X1, X2, X3 共 3σ _x 以下	Fe	0.030, 0.030
Fe の標準 試料	—	—	—	—	0.023, 0.023

なお、過剰熱及びX線の発生の判定は次の考え方に基
いて行った。一般に、過剰熱、X線の計測・解析値は、
核反応による寄与がない場合、全てガウス分布をとる。
そこで、各計測値の標準偏差を用いて、発生している
と思われる過剰熱・X線が本当に、陰極電極17のパラジ
ウム板から出ているのか、それとも計測値の変動によ
って発生しているのかの判定をする。例えば、平均値より
3σ大きい値が統計変動で発する確率は、 1.3×10^{-3}
しかない。従って、3σを超える計測値が3回続く確
率は、 $(1.3 \times 10^{-3})^3 = 2.2 \times 10^{-9}$ となる。
一方、計測回数はデータの取り込み時間が20秒であ
り、一回の実験時間が約10日であるため、43200
回となり、3σを超える計測値が3回続けて現れる期待
値は、 9.5×10^{-5} 回となる。従って計測値の統計変
動が原因で3σを超える計測値が3回続けて現れる可能
性は殆ど無い。従って、3σ以上の計測値が3回連続し
て続く場合、核反応による過剰熱・X線の発生があつた
と判定する。

【0012】なお、前述の実験とは別に、酸化カルシ
ウムCaO、酸化イットリウムY₂O₃、及び炭化チタンTi*50

* Cの仕事関数を纏めた。その結果は次の通りである。
物質 仕事関数

酸化カルシウムCaO	1.6 eV
酸化イットリウムY ₂ O ₃	2.0 eV
炭化チタンTiC	2.3 eV

【0013】次に表1の内容について解説する。σ_x
は、各X線検出器23, 39a, 39bのバックグラ
ンドの標準偏差を示している。又、過剰熱については、
バックグラウンドとして考えている軽水系(比較例)の過
剰熱として計算される値の標準偏差をσ_Hとし、その3
40 倍を超えたときに過剰熱が発生していると判断した。入
力電力は約20Wから40W程度である。X線について
は、X1が全てバックグラウンドであるため、表記してい
ない。表中でX2, X3等の括弧中の値は、X線のピー
クの値がバックグラウンドの値から標準偏差の何倍であ
るかを表示している。X線は、X2とX3から同時に検出
されているが、X1からは検出されていない。X1は真
空側から、X2, X3は電解溶液側からそれぞれ計測し
ていることと、X線の減衰は真空側からの計測の方が大
きいことを考えると、X線は全て陰極電極17の電解溶

液側表面から発生していると考えられる。

【0014】表1には、実験後の検査において陰極電極17上に発見された物質も示した。電極上で検出された物質の欄は、EPMA(Electron Probe Micro Analysis)によって、実験後の陰極電極の表面を分析した結果である。陰極電極上の重水素が通過した面だけにこれらの生成物が検出されており、溶液に接していても重水素が通過していない部分ではこれらの元素が検出されない。同位体比の欄は、陰極電極上で検出された鉄FeをSIMS(Secondary Ion Mass Spectrometry)分析した結果で、鉄の同位体比の内Fe-57とFe-56の比を示している。又、いくつかの実施例においては、複数の点での分析値を示している。表にも示したが、鉄の標準サンプルでは、 $^{57}\text{Fe}/^{56}\text{Fe}$ の比率は0.023であり、これの10倍程度の値は、自然界では見いだせないから、核反応で生成された鉄であると考えることができる。従って、同位体比の大きい値は、過剰熱及びX線の発生を引き起こした反応の存在を補強しているものと言える。

【0015】表1の結果を総括すると、実施例の全てにおいて、過剰熱とX線が発生し、実験後の陰極電極上において鉄が検出された場合、計測した全ての実施例において同位体比が自然界のものとは異なっている。即ち、酸化カルシウムを水素吸蔵合金であるパラジウムに含有させた実施例1乃至6において、6回の実験中6回、酸化イットリウムをパラジウムに含有させた実施例7乃至10において、4回の実験中4回、更に炭化チタンを含有させた実施例11、12において2回の実験中2回全てにおいて核反応が起きていると判断される。

【0016】図5に過剰熱の発生状況の例が示されている。炭化チタンを添加した実施例12の例であり、電流を増加したときに3Wから4Wの過剰熱が発生している。電流が3Aの時の入力力は約24Wである。図6にX線の発生状況の例を示す。これは、実施例4について、X線検出器(X2)39a、X線検出器(X3)39bのX線発生時間変化を示している。X線検出器39a(X2)は、ガンマ線の検出を主たる狙い、X線検出器(X3)39bはX線検出を主たる狙いとし、検出器のヨウ化ナトリウムの大きさが異なるため、カウント数に隔たりが出ている。以上のことから以下の点が分かる。

①X2、X3共に、 5.653×10^5 秒付近から 5.660×10^5 秒付近までカウント数が増大しており、両者の対時間変化は良く一致している。
②両者とも発生量が次第に増加し、約10分後に急にバックグラウンドに戻っている。これは、物理化学条件が整い核反応が起こっていたのが、突然その条件からずれて、反応が止まったものと考えられる。このように、X線の発生は間欠的であることが多く、常に放出されない原因については必ずしも明確でないが、その発生エネルギーが低レベルのため、回りの媒体に吸収されて熱にな

る場合が多く、そのレベルが大きいときだけ検出、即ちカウントされるので、外見的に間欠的となると考えられる。

【0017】図7に鉄の標準試料のSIMS分析結果を示す。同位体比は、鉄の中でも最も存在率の大きいFe-56によって割ったものである。同位体比は深さと関係なく一定であり、一般的知識と一致している。図8に比較例として示した電極材料を用いた電極の表面に実験後存在していた鉄のSIMS分析結果を示す。この比較例はパラジウム板をアセトン洗浄したものを軽水中で実験したもので、実験中に過剰熱やX線の発生は観測されていない。図8と図7を比較すれば分かるように、比較例についてのSIMS分析結果は、鉄の標準試料のSIMS分析結果と殆ど同じである。

【0018】図9及び図10に、実施例4の異なる場所における鉄のSIMS分析結果をそれぞれ示す。両図においては、前述の図8及び図9のものとは異なり、同位体比Fe-57/Fe-56($^{57}\text{Fe}/^{56}\text{Fe}$)が、深さと共に変化し、核反応の痕跡を示している。

【0019】次に、別の実施形態として、本発明の材料を重水素ガス利用の核反応誘発装置の構造材料として構成した場合を説明する。材料について述べる前に、核反応誘発装置の概略構造を説明する。図11を参照するに、誘発装置50は、吸蔵チャンバ51と、真空チャンバ53とを有する。これらは、これを支持する区画板により分けられている。重水素ガス拡散部材55は、本発明の実施例となる試料が使用されるが、Oリングにより真空シールされ、重水素はこれのみを通過して拡散、透過する。吸蔵チャンバ51は重水素タンク57(重水素純度99.6%)に連絡し、ほぼ1.1気圧の圧力で、重水素ガスが満たされる。その系の圧力は、圧力計59により測定される。真空チャンバ53は排気系61に連絡し、更には圧力計63、質量分析器65及びX線検出器67が設けられている。X線検出器67はOrtec社製Ge製半導体検出器で、大気と真空とを分けるBe窓69を通して、重水素ガス拡散部材55からX線を検出する(X線は、Be窓を殆ど減衰せずに透過する。)。なお、X線検出器67の計測エネルギーは、10keV~2MeV程度でγ線領域も含まれるが、発生しているエネルギーは100keV以下が中心なので、X線検出器とした。

【0020】前述の誘発装置50に使用する実施例13乃至実施例17を次の手順で作成した。

(5)多結晶のパラジウム板(Pd:99.9%、 $25 \times 25 \times 0.1\text{mm}$)をアセトン中で超音波洗浄し、しかる後に温度900℃で10時間真空(真空度 1×10^{-7} Torr以下)加熱処理する。

(6)前述の処理をしたパラジウム板を重王水でエッチングして、表面不純物を除去する。

(7)パラジウムと酸化カルシウムとをアルゴンイオン

ビームで同時スパッターして、前記パラジウム板上にCaO-Pd混合層を成膜する。CaO-Pd混合層の厚さは1000Åとした。

(8) しかる後、前記CaO-Pd混合層の外面上にパラジウムをアルゴンイオンビームでスパッターし、400Åの厚さのパラジウム層を形成する。

【0021】次に単結晶のパラジウム板を用いた実施例18、19を次の手順で作成した。

(9) 単結晶パラジウム(99.9%、直径10mm×肉厚0.1mm、(111)面)をアセトン中で洗浄する。

(10) 前述の処理をした単結晶パラジウム板を常温(23℃)の重水水中で5秒間エッチングして、表面不純物を除去する。

(11) アルゴンイオンビームスパッター法を用いて、前記パラジウム上にCaOの成膜処理を施す。パラジウムと酸化カルシウムとをアルゴンイオンビームで同時スパッターして、前記パラジウム上にCaO-Pd混合層を成膜する。CaO-Pd混合層の厚さは900Åとした。*

表2

試料名	試料基板、混合層の種類	X線	材料上の重水素が通過した部分で検出された物質(吸蔵側)	材料上で検出されたFeの同位体比 ⁵⁷ Fe/ ⁵⁶ Fe
実施例13	多結晶 Pd/Pd/CaO 1000Å	計測せず	Si, Fe	計測せず
実施例14	多結晶 Pd/Pd/CaO 900Å	計測せず	Fe, Cr	0.43
実施例15	多結晶 Pd/Pd/CaO 900Å	発生(4.2σx)	Fe	計測せず
実施例16	多結晶 Pd/Pd/CaO 900Å	発生(6.1σx)	Fe	計測せず
実施例17	多結晶 Pd/Pd/CaO 900Å	発生(7.4σx)	Fe	計測せず
実施例18	多結晶 Pd/Pd/CaO 900Å	発生(6.8σx)	Fe, Si	計測せず
実施例19	多結晶 Pd/Pd/CaO 900Å	発生(5.3σx)	Fe, S	計測せず
実施例20	多結晶 Pd/Pd/CaO 1000Å	計測せず	Fe, Cr	0.049
Feの標準試料	—	—	—	0.023, 0.023

尚、表2中のX線、検出物質及び同位体比の欄の計測要領、及びその技術的意義は、前述の表1のものと同一である。これらの値から、全ての実施例を使用した実験において、鉄が検出されており、更にX線の発生も認められるので、核反応の発生があったと認定できる。付言すれば、この実験は、真空容器中で行われているので、不純物の混入は考えられない。

【0024】図12の(a)、(b)に実施例18、19を試料として用いた実験におけるX線の発生状況が示されている。X線カウントとして表記しているのは、1時間毎のエネルギースペクトルのカウント総数を表示し※50

* (12) しかる後、前記CaO-Pd混合層の外面上にパラジウムをアルゴンイオンビームでスパッターし、400Åの厚さのパラジウム層を形成する。

【0022】更に多結晶のパラジウム板に酸化イットリウムを添加した実施例20を実施例13乃至17と同様な手順で作成した。但し、手順(7)では、酸化イットリウムを酸化カルシウムに代えて使用し、Y₂O₃-Pd混合層を成膜した。

【0023】以上のようにして作成した各実施例を試料として前述の反応誘起装置50の拡散部材55に用い、次のような実験を行った。即ち、重水素吸蔵側及び真空側を共に真空排気する。真空側において、チャンバ内の汚れに起因するバックグラウンドが十分安定するまで真空排気を続けた後、重水素ガスタンク57より重水素ガスを導入して、重水素の圧力変化とX線を検出する。実験終了後に、EPMA、XPSによりパラジウム表面上の反応生成物を分析する。その結果を表2に示す。

【表2】

40※たものである。又、計測エネルギーは、前述のようにγ領域も含まれている。実験を開始してから50時間後に、両者とも3σを越すX線が発生している。実施例18では最大6.8σ、実施例19では最大5.3σに達している。両実施例の実験は、全く別の時間に行ったものであるが、X線の発生挙動はほぼ一致している。これらの実施例の材料的条件は一致しており、反応実験の結果も一致したものと理解される。

【0025】図13に実施例15についてのEPMA分析結果を示している。即ち、実験後に材料上の重水素通過部分をEPMA分析した結果を波長とカウント数を軸

11

として示したグラフであり、パラジウムPdと添加したカルシウムCaの外に、鉄Feの元素のピークがはっきりと現れている。図14に実施例20を用いた実験後の試料についてのEPMA分析結果を示している。但し、図13とは異なり、重水素が通過した部分としていない部分とのものを対比して示し、前者において鉄Feのピークが現れるように表示波長部分を選択している。

【0026】

【発明の効果】以上説明したように、請求項1乃至請求項4の発明によれば、パラジウムやチタンなどの水素吸蔵合金基材の表面近傍に、酸化カルシウムや酸化イットリウムのような仕事関数の小さい物質を含有させたので、固体内核反応を安定的に発生することができる。又、請求項5の発明によれば、同様な水素吸蔵合金基材の表面近傍にアルゴンイオンビームスパッターにより仕事関数の小さい物質を含有させることにより、固体内核反応を安定的に発生する材料を安価に且つ安定的に製作することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る材料の概念図である。

【図2】本発明に係る材料の概念図である。

【図3】本発明の実施例を用いて反応実験を行う装置の概念構造図である。

【図4】前記反応実験において加えた電流の経過線図である。

【図5】前記実験結果の一部を示す計測データのグラフである。

【図6】前記実験結果の一部を示す計測データのグラフである。

【図7】前記実験結果の一部を示す計測データのグラフである。

【図8】前記実験結果の一部を示す計測データのグラフである。

【図9】前記実験結果の一部を示す計測データのグラフである。

【図10】前記実験結果の一部を示す計測データのグラフである。

【図11】本発明の実施例を用いて別の実験を行う装置の概念図である。

12

【図12】前記別の実験の結果の一部を示す計測データのグラフである。

【図13】前記別の実験の結果の一部を示す計測データのグラフである。

【図14】前記別の実験の結果の一部を示す計測データのグラフである。

【符号の説明】

1 基板

3 棒体

5、7 混合薄膜

8、9 外膜

10 固体内核反応装置

11 電解セル

13 真空容器

15 隔壁

17 陰極電極

19 ポンプ

21 鉛遮蔽材

23 X線検出器

20 25 電解溶液

27 陽極電極

29 電源

31 触媒

33 圧力計

35 冷却管

37 熱電対

39a, 39b X線検出器

50 誘発装置

51 吸蔵チャンバ

53 真空チャンバ

55 重水素ガス拡散部材

57 重水素タンク

59 圧力計

61 排気系

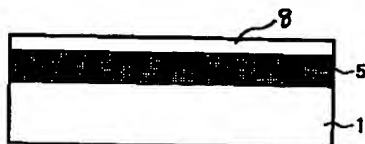
63 圧力計

65 質量分析器

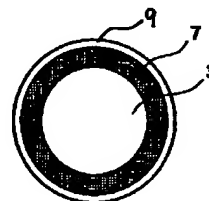
67 X線検出器

69 Be窓

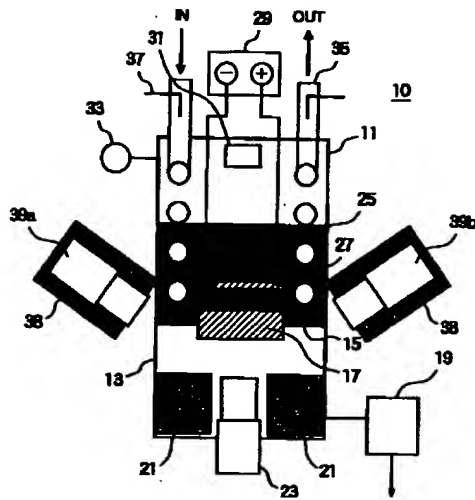
【図1】



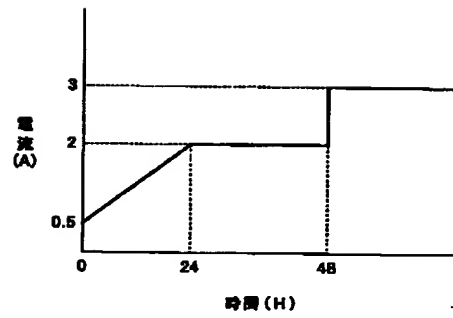
【図2】



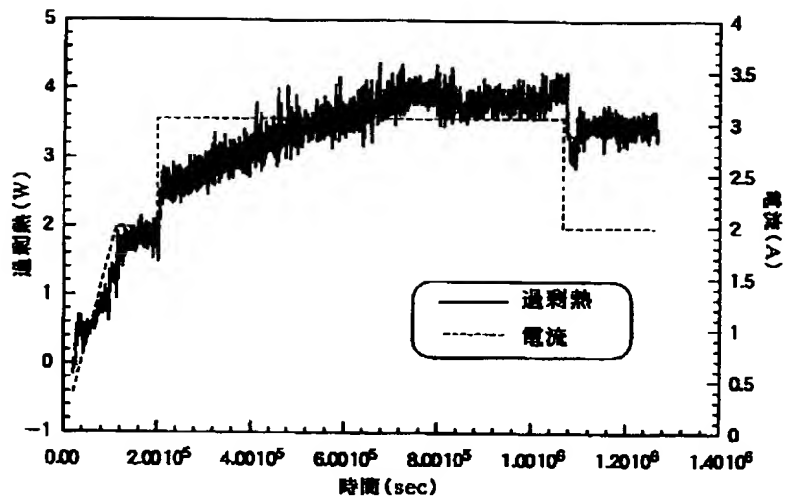
【図3】



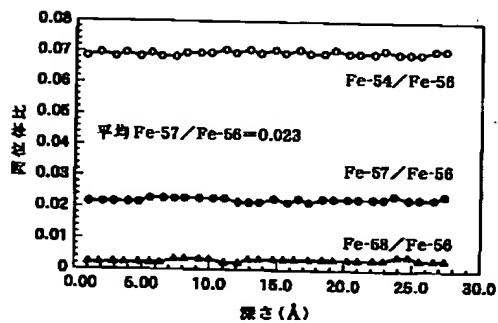
【図4】



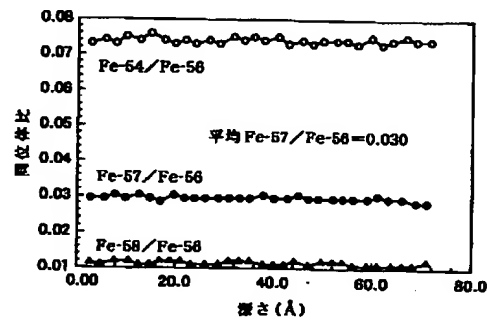
【図5】



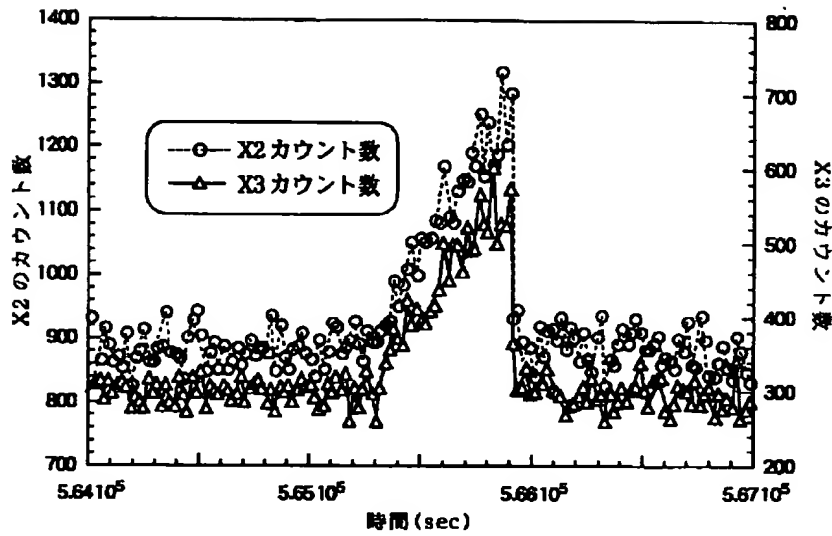
【図7】



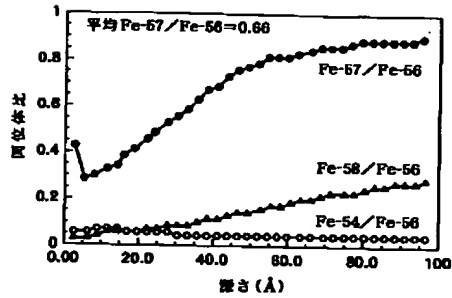
【図8】



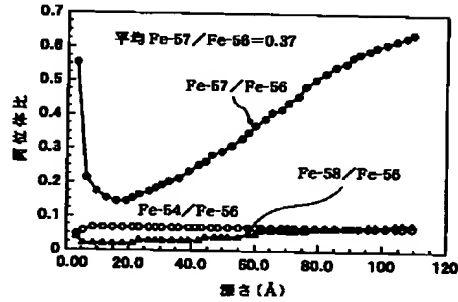
【図6】



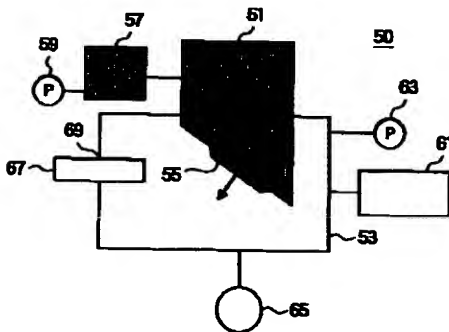
【図9】



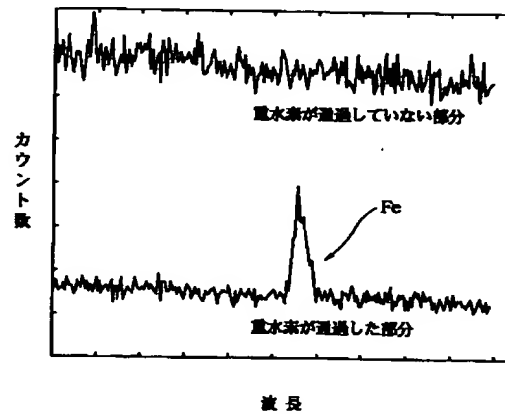
【図10】



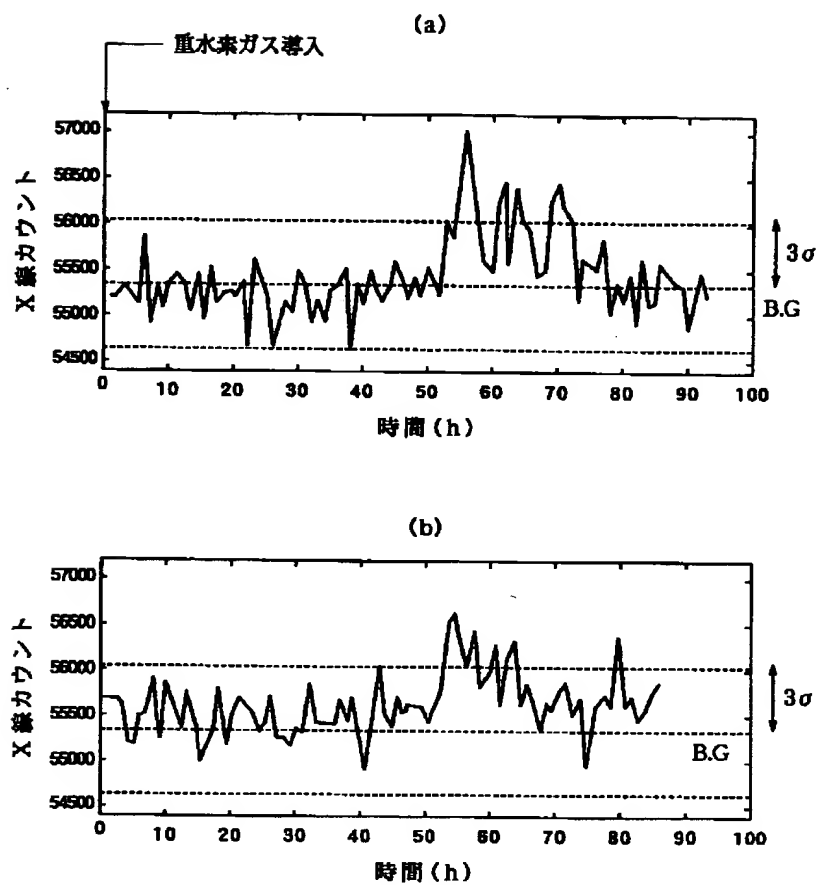
【図11】



【図14】



【図12】



【図13】

